

A szemcsemérés időszerű problémái

PÁRTAY GÉZA

MTA Talajtani és Agrokémiai Kutató Intézete, Budapest

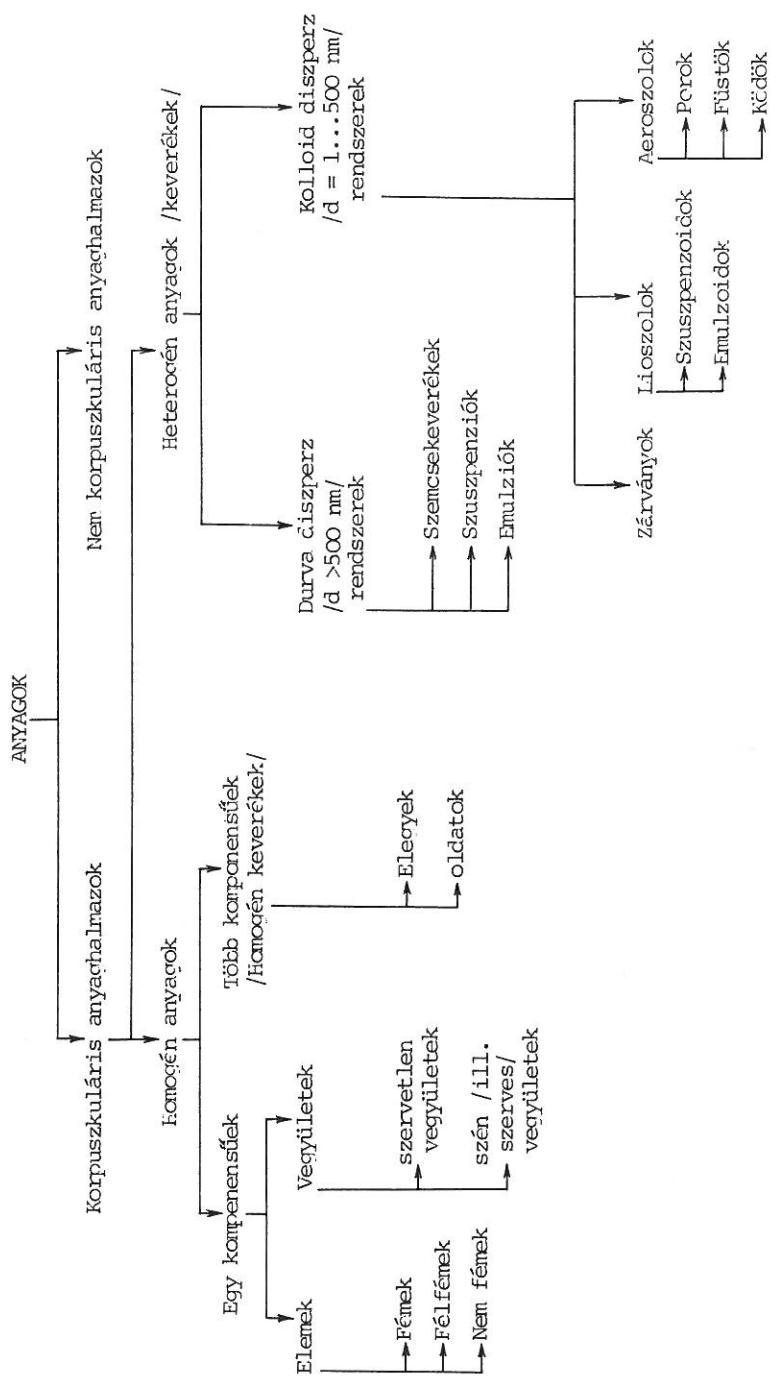
Az anyagtudományokkal foglalkozók számára a szemcseméretmérés egy viszonylag elterjedt módszer. Napjainkban a mérés technika ugrásszerű fejlődésnek vagyunk a tanúi. Ez egyrészt adódik az igények növekedéséből /új ipari technológiák, környezetvédelem, hadiipar/, másrészt a lézeres mérés és a kép-analizátorok eddig nem ismert távlatokat nyitottak. A felhasználó kör, amely a szemcseméretmérés módszerét alkalmazni kívánja, nagyon széles és sokrétű lehet /CSENGERI-PINTÉR, 1987/ /1. ábra/.

A mérés technika ebben az esetben is együtt fejlődött a tudományos igényekkel, a centimétertől az elektronmikroszkópig. Választóvonal az alkalmazott technikánál a felbontóképesség, azaz a tárgyat - ebben az esetben a szemcsét - leképező sugár hullámhossza. A 2. ábrán foglaltuk össze a különböző nagyságrendek és a vizsgáló eszközök közötti összefüggéseket és méréshatárokat. Számos cég a fényel történő leképezésnél a μm -nél kisebb /0,1, 0,01/ tartományokat is mérhetnek tünteti fel. ABBE törvénye alapján ez azonban inkább elméleti megközelítés. Ezeknél a méréseknél is érvényesül az az általános mérés technikai szabály, hogy amennyiben lehetőségünk van rá, mindig a jobb felbontóképességű rendszerrel végezzük a vizsgálatokat.

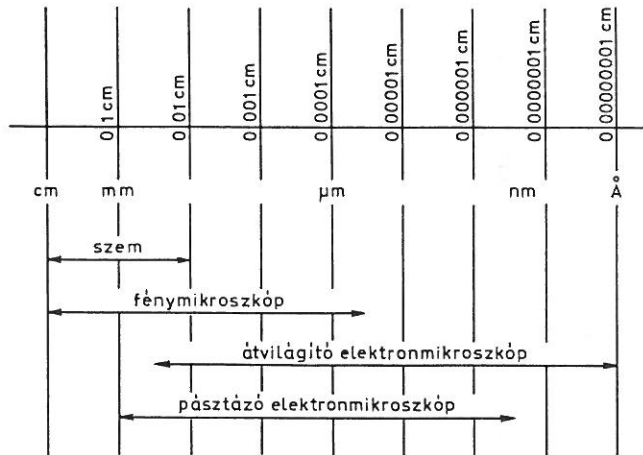
A mérés eszközei kezdetben viszonylag egyszerűek voltak - körző, okulár vagy objektív mikrométer, esetleg komparátor mikroszkóp. A számítógépes rendszerek kialakulása lehetővé tette, hogy az eddigi nagyon munka- és időigényes mérést automatizálni lehessen. E rendszerek megjelenése előtt - mint ahogy azt a 3. ábrán össze foglaltuk - a mikroszkópban létrehozott szemcséképet fotografikus eszközökkel rögzíteni, nagyítani és ezt a nagyítást manuális eszközökkel mérni, majd a mérési eredményeket összegezni és grafikusán ábrázolni kellett.

Ez a mérési mód számos hibalehetőséget hordozott magában. A fotografikus rögzítés hibái:

- a megvilágítás erőssége;
- expozíciós idő;
- a film érzékenysége;
- DIN száma /szemcsézettség/;
- a fotografiai effektusok /Sabbattier, Eberhard, stb./;
- a felületi vagy mélységi kép kialakulása;
- hívási hibák;
- nagyítási hibák



1. ábra
Anyagrendszerek



2. ábra

Szemcseméretmérés a felbontóképesség függvényében

- amelyek sok esetben együttesen is jelentkeztek, a mérési eredményeket egy, vagy két nagyságrenddel is ronthatták. Ehhez járultak még a mérést végző személy által elkövetett szubjektív hibák.

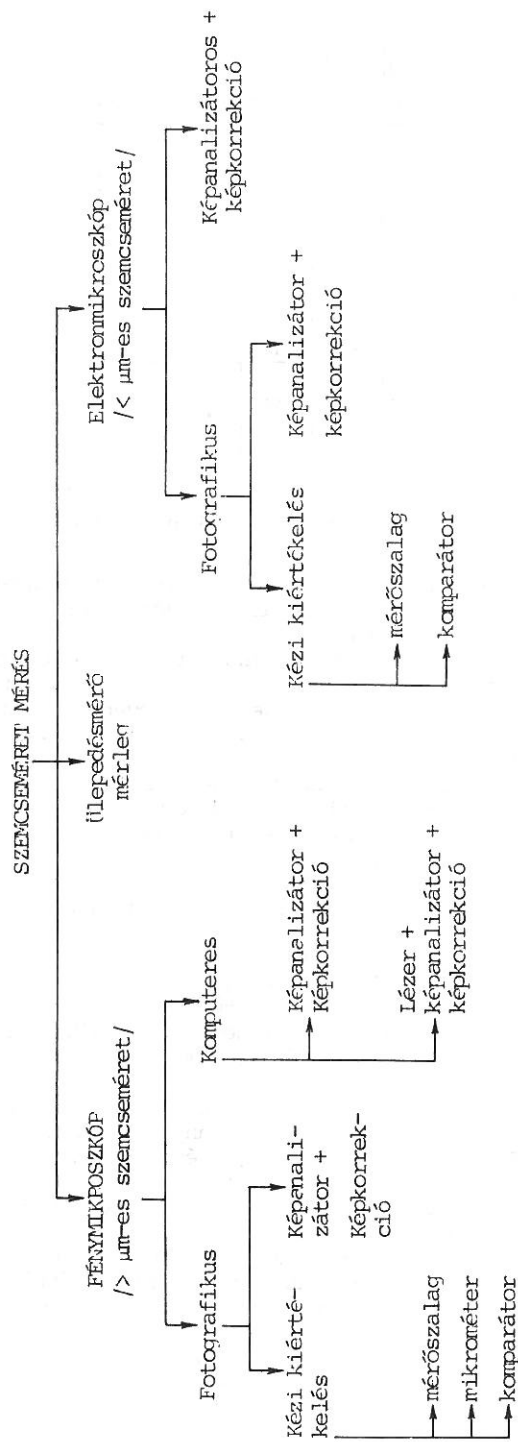
A szemcseméretmérés első közelítésben nem más, mint két pont egymástól való távolságának egy egyenes mentén történő megmérése. Ha fotografikus úton történő mérésnél a két pont helyét ki akarjuk jelölni, további nehézségek adódnak. Attól függően, hogy világos vagy sötét látóterű képet vizsgálunk, a szemcsék sötét, vagy világos foltként jelennek meg. Evidensnek tűnik, hogy ezeket a pontokat a világos és sötét mező határán kell kijelölni. Ez a határ azonban a fotografiai effektusok - legfőképpen együttes - hatása miatt nem jól meghatározható markáns vonal. A világos /fedetlen/ területől a sötét /fedett/ területig a szürkék - tehát átmenetek - sorozatát mérhetjük. Így nem egy határvonalon, hanem egy területen kell kijelölni a mérendő távolság kezdő- és végpontját. Ez a bizonytalanság jelentős további hibát eredményezhet.

A számítógépek megjelenése lehetővé tette a képanalizátorok, mint műszeregyüttesek megalkotását. Alapelvük, hogy a mikroszkóp látóterében megjelenő szemcsékhez - kezdetlen meghatározott méretű - jelenleg már változtatható átmérőjű rekeszeket /diafragma/ illesztnek. A különböző rekesz-állások méreteit összegyűjtik, rendszerezik és kinyomtatják, a felhasználó által kívánt módon.

A szemcséknek azonban nemcsak méretük, hanem különböző fedettségük /denzitásuk/ is van. Ez adódhat vastagságból, vagy anyagi jellemzőkből. A denzitás mérése további információ forrása lehet, ezért a rendszerbe szürke éket iktattak. Ez optikai ék, a teljes átteresztéstől a teljes fedettségig lépcsőzetesen emelkedő szürke sorozattal. Minden lépcső - fedettség - az előző kétszerese. Minél kisebb a lépcső emelkedése, annál jobb a felbontása.

A televíziós technikával - amely a mikroszkópos képet a monitoron tette megfigyelhetővé - megszűnt a fáradtságos, okuláron keresztül történő vizsgálat. A szürke éket színes analizátorral egészítették ki. Ez 256 szín és árnyalat szétválasztását tette lehetővé.

A fotografikus leképezésnél leírt és ebben az optikai rendszerben jelentkező hibákat pedig a kapcsolt számítógép korrigálja. A számítógép az adatgyűjtésen, adatkezelésen kívül folyamatirányítást is végez.



3. ábra

A műszeres mérés lehetőségei és összefüggései

Új utakat nyitott a lézer bevezetése a mérőtechnikába. Rekeszes /mechanikus/ mérés helyett optikai eszközöket és törvényeket lehetett alkalmazni. A nagyenergiájú, monokromatikus, koncentrált - μm -es nagyságrendű - igen kis tehetetlenségű sugár felhasználása növelte a pontosságot és a mérési sebességet.

A lézersugarat alkalmazhatják mechanikus úton /forgó prizma, pásztázómódszer, stb./ és optikai lehetőségek kihasználásával /Doppler hatás, Fraunhofer elhajlás, stb./ vagy a két módszer kombinációjával.

A lézer lehetővé tette, hogy az álló /stacioner/ rendszerek vizsgálata mellett a mozgó, áramló /dinamikus/ anyagrendszereket is meg lehessen mérni. Száloptika segítségével több méter távolságtól /tartályokban, üregekben/ is eredményesen alkalmazták a speciális mérőfejeket.

A felbontóképesség is jelentősen megnőtt. Néhány tíz csatornáról néhány ezer csatornára szélesedett, ami azt jelentette, hogy igen kicsi, század mikrométeres méretkülönbségeket is szét tudtak választani. Ez a növekedés vonatkozik a pontosságra is, mert lehetővé vált nagyon sok szemcsének igen rövid idő - néhány másodperc - alatt történő megmérése. Aeroszoloknál igen alacsony lehet a szemcsekoncentráció. Ilyen esetekben speciális piezomérleket alkalmaznak, melyek $\mu\text{g}/\text{m}^3$ részecske-koncentrációt még mérnek.

Összefoglalva - a leképező sugárként fényt alkalmazó rendszereket - megállapíthatjuk, hogy a fénymikroszkóp, lézer, foto-dióda, számítógép komplex felhasználásával, a szemcseméretmérés területén, különösen homogén és tiszta rendszereknél jól alkalmazható műszeregyüttes jött létre.

Korlátai:

- az alkalmazott leképező sugár hullámhossza;
- a mért rendszer forma-heterogenitása /pl. gömb-pálca/;
- a szuszpendátum tisztasága /pl. talajoldat - agyagásványok/;
- különösen a μm -es mérettartományban, nem szemcsék, hanem más reflektáló részecskék /pl. óriásmolekulák/.

A 3. ábrán a másik optikai mérési lehetőségként jelöltük meg az elektronmikroszkópot, amelynek legfontosabb mérőtechnikai alkalmazása a μm alatti szemcsék vizsgálata. A vizsgálat és mintaelőkészítés speciális előképzettséget kíván. Ezzel kapcsolatban néhány hozzáférhető kézikönyvre utalunk /CLARK, 1961; EL-HINNAWI, 1966; SUDO et al., 1981; WENK, 1976/.

Az átvilágító elektronmikroszkóp /TEM/ a prontoszkópió elve alapján hozza létre a szemcse árnyképét, amit közvetlenül vagy közvetetten vizsgálhatunk. Ha először felvételeket készítünk a látótérből - negatívot vagy pozitívot /Polaroid vagy nagyítás/ - közvetett eljárásról beszélünk. Ennél a fotografikus technikával végzett mérésnél a fellépő hibalehetőségek megegyeznek a fénymikroszkópnál tárgyaltakkal. Közvetlen akkor, ha az információt - más módszer közbeiktatása nélkül - a leképező elektronsugárból nyerjük. Mindkét esetben használhatunk képanalizátorokat is a kiértékelésre. A közvetlen technikánál azonban a fénymikroszkópos analizátorok nem, vagy csak közbeiktatással /interface/ beépítésével alkalmazhatók.

A pásztázó - vagy felületvizsgáló - elektronmikroszkóp /SCAN/ a televíziózásban használt elvek alapján állítja össze a tárgy felszínéről nyert képet. A szemcseméretmérésnél a TEM-ban a szemcse körvonalai dominálnak. A SCAN-ban az egész felület. Ez számunkra felesleges többletinformációt ad. Viszont azonnal megfigyelhető az inhomogén szemcseeloszlás /mikrokonkrécio/ már akkor is, ha csak két szemcse tapadt össze. A TEM felbontóképessége egy nagyságrenddel jobb, mint a SCAN-é, de értékelhetőség és azonosítás szempontjából a SCAN-nál jobb az átmenet a fénymikroszkóp által átfogott nagyságrend felé, különösen a nagyobb szemcsék mérettartományában /2. ábra/.

Összefoglalva az elektronsugárzást leképezésre használó és képanalizátort alkalmazó rendszereket, megállapíthatjuk, hogy a μm alatti mérettartományok nagy pontosságú vizsgálatára alkalmasak.

Korlátai:

- speciális mintaelőkészítés és vizsgálóműszer;
- az elektronoptikai rendszerre jellemző feltételek és hibák;
- csak vákuumba bevihető anyag vizsgálható;
- csak statikus állapotban vizsgálható a minta /pl. áramlásban lévő, vagy nedves nem/;
- az elektronsugár hatására a minta méretváltozást szenvedhet /műtermékképződés vagy lízis/;
- az elektronsugár hullámhosszából adódó előnyök a technológiai korlátok miatt nem használhatók ki teljes mértékben.

A 3. ábrán egy új, napjainkban fejlesztés alatt álló módszert is jelölünk, ez az ülepedést mérő mérleg /sedimentograph/. A rendszer egy speciális nagy-érzékenységu és nagy pontosságú mérlegről és számítógépről áll. Lényege, hogy az egyik mérlegkarján üveg-hengerbe belógó lemeztányér függ. Az üveg-hengerbe töltjük a mérendő anyagot. A szemcsék a Stokeses törvény alapján, ülepedve a lemeztányérra rakódnak. Az ülepedés idejének függvényében mérve a súlynövekedést egy eloszlást kapunk, melyből a szemcseméret kiszámítható. Ez utóbbi feladatokat már a számítógép végzi. A mérőrendszer számos új lehetőséget kínál és ugyanakkor számos problémát is jelent. Ilyen maga a Stokeses törvénytől való függés, a mérlegtányér és a hengerfal közötti rés mérete, a mérlegtányér és a hengerfal közötti rés mérete, a mérlegtányér alatti holt tér, stb. Az előnyök kiaknázása és a problémák áthidalása a közeljövő feladata.

Számos cég készít analízáló mérőrendszeréhez megfelelő mintaáramot elő-állító dezintegrátort, amely a szükséges szemcseeloszlást, koncentrációt és áramlási sebességet szabályozza, illetve optimalizálja. Sok mérőrendszer nem is mér kellő felbontással és pontossággal, ha az előbbi paramétereket nem tartják be. A szálláshosszúságmérő pl. csak orientált áramlásban tud mérni.

Ha az előkészítést manuálisan kell végrehajtani, akkor számos fizikai, kémiai, elektro-kémiai effektus /felületi feszültség, zéta-potenciál, stb./ léphet fel, amelyek konglomerátum-képződés irányába hatnak. Ebben az esetben nem különálló szemcséket, hanem kisebb-nagyobb halmazokat mérünk. Különösen elektronmikroszkópos preparátum készítésénél lép fel ez a jelenség, mert a szuszpenziót tartalmazó mikrocsepp beszáradásával jelentkező erők fokozottan érvényesülnek. Először detergens adagolásával kísérelték meg az effektusok csökkentését. Kiszáradásnál azonban a detergensnek műtermék alakjában /mikro-kristályok/ jelentek meg és megzavarították a mérést. Jelenleg ultrahangos dezintegrálást alkalmaznak. A vizsgálatok szerint a kellő ideig és hőmérsékleten végrehajtott kezelés sem fizikai, sem szonokémiailag reakciót nem okoz és megfelelő szemcseeloszlást biztosít.

Napjainkban a cégek részéről a szemcseméret mérőrendszerek kínálata igen nagy. A fejlődés ugrásszerű. A készülékek igen drágák. A fejlesztés a lehárított feladatú célgépek felé tart. Szerencsés az a felhasználó, aki megelégedhet egy meghatározott és homogén rendszer vizsgálatával.

Következtetéseinket a következőkben foglalhatjuk össze:

- Döntő a megfelelő szemcse előállítás.
- A megadott határértékek inkább ajánlások.
- Biztonsággal még mindig csak homogén egykomponensű rendszerek vizsgálhatók.
- A legnagyobb pontosságot még mindig a manuális mérés adja.
- A talajszuszpenziók kielégítő pontosságú mérése még nem megoldott.

Irodalom

- CLARK, G. L., /Ed./ 1961. The Encyclopedia of Microscopy. Reinhold Publ., New York.
- CSENGERI-PINTÉR, D., 1987. Mennyiségek, mértékegységek. Műszaki Könyvkiadó, Budapest.
- EL-HINNAWI, E. E., 1966. Methods in Chemical and Mineral Microscopy. Elsevier Publ. Co. Amsterdam-London-New York.
- SUDO, T. et al., 1981. Electron Micrographs of Clay Minerals. Elsevier Sci. Publ. Co. Amsterdam-Oxford-New York.
- WENK, H. R., /Ed./, 1976. Electron Microscopy in Mineralogy. Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York.

Érkezett: 1991. január 15.